

**This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

WEST**End of Result Set**

Generate Collection

Print

L4: Entry 10 of 10

File: DWPI

Jun 15, 1993

DERWENT-ACC-NO: 1993-224084

DERWENT-WEEK: 199328

COPYRIGHT 2003 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Planar particles of (calcium-aluminium)
oxide-carbonate-hydrate - prepd. by mixing sodium aluminate and
calcium hydroxide soln., bubbling with carbon di:oxide gas, to
ppte. planar particles, and heating

PATENT-ASSIGNEE:

ASSIGNEE

YAHASHI KOGYO KK

CODE

YAHAN

PRIORITY-DATA: 1991JP-0339748 (November 27, 1991)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
JP 05147930 A	June 15, 1993		011	C01F011/00
JP 95064557 B2	July 12, 1995		009	C01F007/00

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DATE	APPL-NO	DESCRIPTOR
JP 05147930A	November 27, 1991	1991JP-0339748	
JP 95064557B2	November 27, 1991	1991JP-0339748	
JP 95064557B2		JP 5147930	Based on

INT-CL (IPC): C01F 7/00; C01F 7/16; C01F 11/00; C08K 3/18; C09C 3/06

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 05147930A

BASIC-ABSTRACT:

Y mol of aq. soln. of sodium aluminate is added with (0.5-0.4)xY mol of calcium hydroxide, and their mixture is bubbled with carbon dioxide gas while heating the mixt. to above 40 deg.C, and planar particles precipitate. The planar particles are transformed into amorphous substance or into (calcium-aluminium) oxide by heating.

USE/ADVANTAGE - Used for producing planar particles (A) (calcium-aluminium) oxide-carbonate-hydrate, for filler or reinforcing material of rubber, plastics, paint or paper. Method produces planar crystal of (A) through simple process.

In an example, 2 litres of aq. sodium aluminate (1.6 mol/litre) was added with 1/3 mol of calcium hydroxide and the mixt. was kneaded for 1 hr. while heating it at 70-75 deg.C. It was then bubbled with carbon dioxide at the flow rate of 0.1 litre/minute for 30 minutes while agitating it. Prod. was rinsed with water then the ppte. was sepd. with filtration and dried at 100 de

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/1

TITLE-TERMS: PLANE PARTICLE CALCIUM ALUMINIUM OXIDE CARBONATE
HYDRATE PREPARATION MIX SODIUM ALUMINATE CALCIUM HYDROXIDE SOLUTION
BUBBLE CARBON DI OXIDE GAS PRECIPITATION PLANE PARTICLE HEAT

DERWENT-CLASS: A60 E33 F09 G01 G02

CPI-CODES: A08-R; E34-C01; E34-C03; E34-D01; E34-D03; F05-A06D;
G01-A01; G01-A10;

CHEMICAL-CODES:

Chemical Indexing M3 *01*

Fragmentation Code

A220 A313 A940 C106 C108 C530 C550 C730 C801 C802

C803 C805 C807 M411 M720 M903 M904 N513 Q130 Q324

Q332 Q333 Q606

Markush Compounds

199328-C4601-P

UNLINKED-DERWENT-REGISTRY-NUMBERS: 1066S; 1495S ; 1502S

POLYMER-MULTIPUNCH-CODES-AND-KEY-SERIALS:

Key Serials: 0009 0011 0037 0060 0069 0228 2199 2218 2792

Multipunch Codes: 014 03& 032 06- 075 15- 18- 20- 308 310 360 656 721 723

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: C1993-099561

* NOTICES *

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Industrial Application] this invention relates to manufacture of a tabular particle useful as a filler currently used in various industrial fields as objects for paints, such as rubber, a bulking agent of plastics, and a reinforcing agent, and an object for paper manufacture, especially the tabular particle which makes a subject a calcium aluminum oxide, a carbonate, and a hydrate. [many]

[0002]

[Description of the Prior Art] *1 which will be divided into inorganic compounds, such as an oxide, a hydroxide, a carbonate, a silicate, and carbon, and organic compounds, such as wood flour, nylon fiber, aromatic series, and a polyamide fiber, if a filler is classified according to a chemical composition.

[0003] Moreover, *2 which can be classified into natural-product trituration classification articles, such as a calcium carbonate (pile charcoal), a magnesium silicate (talc), and an aluminum silicate (kaolinite), combination articles, such as a calcium carbonate (****), a calcium silicate, and an aluminum hydroxide, and pyrolysis articles, such as carbon black and a magnesium oxide, if it classifies according to a manufacturing method.

[0004] Thus, it has various chemical compositions, the filler of a large number manufactured by various methods is developed, and it is used according to the purpose. Reinforcement, functional grant, etc. are in various effects acquired by adding a filler to rubber, plastics, etc. The main factors which influence these performances are considered to be the size of the particle of a filler, the configuration of a particle, and a chemical composition. for example, it is supposed that the reinforcement effects (a bending elastic modulus, bending strength, a heat deflection temperature, dimensional stability, etc.) have the good filler in which the place depended on the configuration of a particle has a tabular and the configuration of the anisotropy of needlelike ** greatly On the other hand, functional grant (*****, fire retardancy) has the large place depended on a chemical composition, and is made good [a filler with the chemical composition which generates water and carbon dioxide gas, such as a hydroxide and a carbonate, so much]. Moreover, *3 by which the filler which has stratified, a tabular, or a fibrous configuration in functional grant of damping nature, and the heavy filler are made good.

[0005] Now, as a tabular and a stratified filler, many talc (water magnesium silicate), an aluminum hydroxide, magnesium hydroxides, kaolinites (aluminum silicate), micas (aluminum silicate) for plastics, rubber, paper manufacture, a paint, cosmetics, etc., etc. are used. Here, an aluminum hydroxide and kaolin clay are *1 which does not demonstrate the big feature in the compound effects, such as rigidity, since the aspect ratio is not so large. Fully demonstrating the feature of a tabular in the compound effect is *1 which is the large talc and the mica of an aspect ratio.

the compound effect is emphasized -- being alike -- *1 which is a pattern with it very difficult [to exceed level from the restrictions on the manufacturing process that talc and a mica grind and classify a natural mineral to enlarge an aspect ratio, although manufactured now, although it divides and comes out]

[0006] It is ** *1 a quoted part. Yui Materials design of ** and compound plastics Second edition (a plastics age, 1985),

*2) The volume for Society of Rubber Industry, Japan rubber engineer meeting and 11th subcommittee white bulking agent Special Committees, a filler handbook (a completion company, 1985),

*3) Soma **, the poly file, 28, [6], 28 (1991)

[0007]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] Taking advantage of the feature of a tabular, this invention is used for plastics, rubber, paper, a paint, etc., and aims at manufacturing the synthetic filler which improvement in a performance, such as the reinforcement effect, ** and fire retardancy, damping nature, surface smooth nature, and glossiness, can expect very much.

[0008]

[Means for Solving the Problem] The manufacture method of the tabular particle which makes a subject the calcium aluminum oxide, carbonate, and hydrate of this invention is characterized by mixing a calcium hydroxide in the amount of 0.5-4 mols to one mol of sodium aluminates, heating at 40 degrees C or more, blowing carbon dioxide gas into sodium-aluminate solution, and making a tabular particle deposit.

[0009] Moreover, amorphous or the tabular particle which makes a calcium aluminum oxide a subject is obtained by heat-treating the tabular particle obtained by the above-mentioned method.

[0010] In this invention, a calcium hydroxide is made to add and react to sodium-aluminate solution, and a suitable quantity of carbon dioxide gas is blown after heating. A calcium hydroxide requires that 0.5-4 mols should add to one mol of sodium aluminates. Since a tabular particle does not deposit when not adding a calcium hydroxide at all, although the minimum of the addition of a calcium hydroxide serves as an amount which may make a tabular particle deposit, generally it is 0.5 mols or more, and is one mol - three mols preferably. If the addition of a calcium hydroxide separates from the above-mentioned range, the rate which particles other than a tabular particle mix will increase so that the SEM photograph of the below-mentioned example 1 of comparison may see.

[0011] In this invention, it is required to react to sodium-aluminate solution by heating preferably 40 degrees C or more of calcium hydroxides at 50 degrees C or more after predetermined amount addition, and blowing carbon dioxide gas. If this temperature is too low, the configuration state of a tabular will become bad so that the SEM photograph of the example 2 of comparison may see. In addition, although especially the upper limit of heating temperature is not restricted, generally 100 degrees C or less are suitable.

[0012] If carbon dioxide gas is blown, the particle of a calcium aluminum hydrate is lost and a tabular particle begins to deposit gradually. Furthermore, if the entrainment of carbon dioxide gas is continued, since it will carbonate a deposit particle further and it will become a needlelike calcium carbonate (aragonite), the entrainment of carbon dioxide gas is stopped before it, and a reaction is terminated. Since it changes by how to blow the configuration of a reaction container and carbon dioxide gas other than a sodium aluminate / calcium-hydroxide mole ratio, and heating temperature, the method of churning of reaction mixture, etc., the proper amount of this carbon-dioxide-gas entrainment is confirmed experimentally.

[0013] Carbon dioxide gas may also blow only carbon dioxide gas, and may also blow it as mixed gas containing carbon dioxide gas. By the above-mentioned reaction, the tabular particle which makes a subject a calcium aluminum oxide, a carbonate, and a hydrate with a base major axis [of 2-10 micrometers] and a thickness of about 0.1-0.3 micrometers generates.

[0014] If the obtained tabular particle is heat-treated, it will be made amorphous, and if it heats at an elevated temperature further, the peak of a calcium aluminum oxide (calcium12aluminum 14O33) will appear (the peak of CaO is also seen in part). The particle which made this amorphous substance the

subject, and the particle which made the calcium aluminum oxide the subject are maintaining the tabular configuration before heat-treatment, and is useful as a filler similarly. It is desirable to perform heat-treatment at the temperature of 300-900 degrees C generally.

[0015]

[Effect of the Invention] According to this invention, the tabular particle which makes a subject simply a calcium aluminum oxide, a carbonate, and a hydrate is obtained by only a suitable amount's adding a calcium hydroxide to sodium-aluminate solution, and blowing the carbon dioxide gas of optimum dose in an optimal temperature. By using this tabular particle, development of plastics with new physical properties, rubber, paper, a paint, or new materials can expect enough.

[0016]

[Example]

1/3 mol of calcium hydroxides is added in 2l. (1/6 mol /, 25 degrees C l.) of example 1 sodium-aluminate solution, and it heats at 70-75 degrees C, agitating by high-speed emulsification and the disperser for 1 hour. Agitating this by high-speed emulsification and the disperser, carbon dioxide gas (a part for about 0.1l./) is blown for 30 minutes, and is made to react. A product is washed with water, filtration dehydration is carried out with a filter, it dries at about 100 degrees C using electric drying apparatus, and the tabular particle of sample No.1 is obtained.

[0017] The observation photograph by SEM of sample No.1 is shown in drawing 1 . The scale under a photograph expresses full-scale 10micrometer and 1 micrometer of one graduation. Moreover, drawing 9 is the X diffraction pattern of sample No.1. It is shown that it is mainly calcium4aluminum2CO9.11H2O.

[0018] One mol of calcium hydroxides is added in 2l. (1/3 mol /, 25 degrees C l.) of example 2 sodium-aluminate solution, and it heats at 70-75 degrees C, agitating by high-speed emulsification and the disperser for 1 hour. Agitating this by high-speed emulsification and the disperser, carbon dioxide gas (a part for about 0.1l./) is blown for 90 minutes, and is made to react. The tabular particle of sample No.2 is obtained like an example 1 below.

[0019] The observation photograph by the SEM photograph of sample No.2 is shown in drawing 2 . The scale under a photograph expresses full-scale 10micrometer and 1 micrometer of one graduation. Moreover, drawing 10 , The X diffraction pattern of sample No.2 shows that it is mainly calcium4aluminum2CO9.11H2O.

[0020] 5/6 mol of calcium hydroxides is added in 2l. (1/6 mol /, 25 degrees C l.) of example 3 sodium-aluminate solution, and it heats at 70-75 degrees C, agitating by high-speed emulsification and the disperser for 1 hour. Agitating this by high-speed emulsification and the disperser, carbon dioxide gas (a part for about 0.1l./) is blown for 45 minutes, and is made to react. The tabular particle of sample No.3 is obtained like an example 1 below.

[0021] The observation photograph by the SEM photograph of sample No.3 is shown in drawing 3 . The scale under a photograph expresses full-scale 10micrometer and 1 micrometer of one graduation. Moreover, drawing 11 shows that they are mainly 3CaO-aluminum2O3, 3CaCOand32H2O, and calcium4aluminum2CO9.11H2O with the X diffraction pattern of sample No.3.

[0022] One mol of calcium hydroxides is added in 2l. (1/6 mol /, 25 degrees C l.) of example 4 sodium-aluminate solution, and it heats at 70-75 degrees C, agitating by high-speed emulsification and the disperser for 1 hour. Agitating this by high-speed emulsification and the disperser, carbon dioxide gas (a part for about 0.1l./) is blown for 45 minutes, and is made to react. The tabular particle of sample No.4 is obtained like an example 1 below.

[0023] The observation photograph by the SEM photograph of sample No.4 is shown in drawing 4 . The scale under a photograph expresses full-scale 10micrometer and 1 micrometer of one graduation. Moreover, drawing 12 shows that they are mainly 3CaO-aluminum2O3, 3CaCOand32H2O, and calcium4aluminum2CO9.11H2O with the X diffraction pattern of sample No.4.

[0024] 5/3 mol of calcium hydroxides is added in 2l. (1/6 mol /, 25 degrees C l.) of example of comparison 1 sodium-aluminate solution, and it heats at 70-75 degrees C, agitating by high-speed emulsification and the disperser for 1 hour. Agitating this by high-speed emulsification and the

disperser, carbon dioxide gas (a part for about 0.1l./) is blown for 60 minutes, and is made to react. The particle of sample No.5 is obtained like an example 1 below.

[0025] The observation photograph by the SEM photograph of sample No.5 is shown in drawing 5 . The scale under a photograph expresses full-scale 10micrometer and 1 micrometer of one graduation. Particles other than a tabular particle are seen mixing comparatively mostly.

[0026] Moreover, drawing 13 is mainly 3CaO -aluminum 2O_3 , 3CaCO and $32\text{H}_2\text{O}$, and calcium $4\text{aluminum}2\text{CO}9.11\text{H}_2\text{O}$ in the X diffraction pattern of sample No.5, and shows that calcium (OH) 2 is also mixed.

[0027] 1/2 mol of calcium hydroxides is added in 2l. (1/6 mol /, 25 degrees C l.) of example 5 sodium-aluminate solution, and it heats at 50-55 degrees C, agitating by high-speed emulsification and the disperser for 1 hour. Agitating this by high-speed emulsification and the disperser, carbon dioxide gas (a part for about 0.1l./) is blown for 45 minutes, and is made to react. The tabular particle of sample No.6 is obtained like an example 1 below.

[0028] The observation photograph by the SEM photograph of sample No.6 is shown in drawing 6 . The scale under a photograph expresses full-scale 10micrometer and 1 micrometer of one graduation. Moreover, drawing 14 shows that they are mainly 3CaO -aluminum 2O_3 , 3CaCO and $32\text{H}_2\text{O}$, and calcium $4\text{aluminum}2\text{CO}9.11\text{H}_2\text{O}$ with the X diffraction pattern of sample No.6.

[0029] 1/2 mol of calcium hydroxides is added in 2l. (1/6 mol /, 25 degrees C l.) of example of comparison 2 sodium-aluminate solution, and it heats at 35-40 degrees C, agitating by high-speed emulsification and the disperser for 1 hour. Agitating this by high-speed emulsification and the disperser, carbon dioxide gas (a part for about 0.1l./) is blown for 45 minutes, and is made to react. The particle of sample No.7 is obtained like an example 1 below.

[0030] The observation photograph by the SEM photograph of sample No.7 is shown in drawing 7 . The scale under a photograph expresses full-scale 10micrometer and 1 micrometer of one graduation. It turns out that the tabular gestalt of a particle is bad. Moreover, drawing 15 shows that they are mainly 3CaO -aluminum 2O_3 , 3CaCO and $32\text{H}_2\text{O}$, and calcium $4\text{aluminum}2\text{CO}9.11\text{H}_2\text{O}$ with the X diffraction pattern of sample No.7.

[0031] 5/3 mol of calcium hydroxides is added in 2l. (1/3 mol /, 25 degrees C l.) of example 6 sodium-aluminate solution, and it heats at 70-75 degrees C, agitating by high-speed emulsification and the disperser for 1 hour. Agitating this by high-speed emulsification and the disperser, carbon dioxide gas (a part for about 0.1l./) is blown for 90 minutes, and is made to react. A product is washed with water, filtration dehydration is carried out with a filter, and it dries at about 100 degrees C using electric drying apparatus. Furthermore an electric furnace performs 400-degree C heat-treatment, and the tabular particle of sample No.8 is obtained.

[0032] The observation photograph by the SEM photograph of sample No.8 is shown in drawing 8 . The scale under a photograph expresses full-scale 10micrometer and 1 micrometer of one graduation. Moreover, drawing 16 is the X diffraction pattern of sample No.8, and a peak seldom appears but shows the mainly amorphous thing.

[Translation done.]

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-147930

(43)公開日 平成5年(1993)6月15日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	FI	技術表示箇所
C 0 1 F 11/00		9040-4G		
7/00	C	9040-4G		
C 0 9 C 3/06	P B T	6904-4J		

審査請求 有 請求項の数2(全11頁)

(21)出願番号 特願平3-339748

(22)出願日 平成3年(1991)11月27日

(71)出願人 591039643

矢橋工業株式会社

岐阜県大垣市赤坂町188-1

(72)発明者 太田 義夫

岐阜県大垣市荒尾町971-1

(72)発明者 乾 三郎

岐阜県不破郡垂井町府中1926-2

(72)発明者 岩下 哲志

岐阜県大垣市青基町3-410-20

(74)代理人 弁理士 網野 誠 (外2名)

(54)【発明の名称】 カルシウムアルミニウム酸化物・炭酸塩・水和物を主体とする板状粒子およびその焼成物の製造方法

(57)【要約】

【構成】 アルミン酸ナトリウム水溶液に、アルミン酸ナトリウム1モルに対して0.5~4モルの水酸化カルシウムを混合し、40℃以上に加熱して炭酸ガスを吹き込み、 $\text{Ca}_4\text{Al}_2\text{CO}_9 \cdot 11\text{H}_2\text{O}$ 、 $3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{CaCO}_3 \cdot 32\text{H}_2\text{O}$ 等のカルシウムアルミニウム酸化物・炭酸塩・水和物を主体とする板状粒子を析出せしめる。

【効果】 簡便な製法でカルシウムアルミニウム酸化物・炭酸塩・水和物を主体とする板状粒子が得られる。この板状粒子は、合成フィラーとして用いられ、補強効果、遅・難燃性、制振性、表面平滑性、光沢性等の機能付与が期待される。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 アルミン酸ナトリウム水溶液に、アルミン酸ナトリウム1モルに対して0.5～4モルの量で水酸化カルシウムを混合し、40℃以上に加熱して炭酸ガスを吹き込み板状粒子を析出せしめることを特徴とするカルシウムアルミニウム酸化物・炭酸塩・水和物を主体とする板状粒子の製造方法。

【請求項2】 請求項1で得られた板状粒子を加熱処理して非晶質化あるいはカルシウム・アルミニウム酸化物にすることを特徴とする焼成板状粒子の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、種々の産業分野においてゴム、プラスチックの充填剤、補強剤等あるいは塗料用、製紙用として多く使用されているフィラーとして有用な板状粒子、特にカルシウムアルミニウム酸化物・炭酸塩・水和物を主体とする板状粒子の製造に関する。

【0002】

【従来の技術】フィラーを化学組成で分類すると、酸化物、水酸化物、炭酸塩、ケイ酸塩、炭素等の無機化合物と、木粉、ナイロン繊維、芳香族、ポリアミド繊維等の有機化合物に分けられる*1。

【0003】また、製造法で分類すると、炭酸カルシウム（重炭）、ケイ酸マグネシウム（タルク）、ケイ酸アルミニウム（カオリナイト）等の天然物粉砕分級品と、炭酸カルシウム（軽炭）、ケイ酸カルシウム、水酸化アルミニウム等の化合物と、カーボンブラック、酸化マグネシウム等の熱分解品に分類できる*2。

【0004】このように種々の化学組成を持ち、種々の方法で製造された多数のフィラーが開発され、目的に応じて利用されている。フィラーをゴム、プラスチック等に加えることによって得られるいろいろな効果の中には、補強、機能付与などがある。これらの性能を左右する主な要因は、フィラーの粒子の大きさ、粒子の形状、化学組成と考えられる。例えば補強効果（曲げ弾性率、曲げ強さ、熱変形温度、寸法安定性など）は、粒子の形状によるところが大きく、板状、針状等の異方性の形状をもつフィラーがよいとされている。一方、機能付与（遅燃性、難燃性）は、化学組成によるところが大きく、水酸化物や炭酸塩など、水や炭酸ガスを多量に発生する化学組成をもつフィラーがよいとされている。また、制振性の機能付与には、層状、板状または繊維状の形状をもつフィラー、重いフィラーがよいとされている*3。

【0005】現在、板状・層状フィラーとしては、タルク（含水ケイ酸マグネシウム）、水酸化アルミニウム、水酸化マグネシウム、カオリナイト（ケイ酸アルミニウム）、マイカ（ケイ酸アルミニウム）などが、プラスチック、ゴム、製紙、塗料、化粧品などに多く使用されている。ここで、水酸化アルミニウムやカオリンクレー

は、アスペクト比が余り大きくないので、剛性などの複合効果においては大きな特徴を発揮していない*1。複合効果において板状の特徴を十分に発揮しているのは、アスペクト比の大きいタルクとマイカである*1。複合効果を強調するにはアスペクト比を大きくすればよいわけであるが、タルク、マイカは天然鉱物を粉砕、分級するという製造工程上の制約から、現在製造されているもののレベルを超えることは極めて難しい模様である*1。

【0006】引用文献

*1) 由井 浩, 複合プラスチックの材料設計 第二版, (プラスチック・エージ, 1985)

*2) 日本ゴム協会ゴム技術員会, 第11分科会白色充填剤特別委員会編, フィラーハンドブック, (大成社, 1985)

*3) 相馬 勲, ポリファイル, 28, [6], 28 (1991)

【0007】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、板状の特徴を生かし、プラスチック、ゴム、紙、塗料等に用いて、補強効果、遅・難燃性、制振性、表面の平滑性、光沢性等の性能向上が大いに期待できる合成フィラーを製造することを目的とする。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明のカルシウムアルミニウム酸化物・炭酸塩・水和物を主体とする板状粒子の製造方法は、アルミン酸ナトリウム水溶液に、アルミン酸ナトリウム1モルに対して0.5～4モルの量で水酸化カルシウムを混合し、40℃以上に加熱して炭酸ガスを吹き込み板状粒子を析出せしめることを特徴とする。

【0009】また、上記の方法によって得られた板状粒子を加熱処理することにより、非晶質あるいはカルシウム・アルミニウム酸化物を主体とする板状粒子が得られる。

【0010】本発明では、アルミン酸ナトリウム水溶液に水酸化カルシウムを加え反応させ加熱後、適切な量だけの炭酸ガスを吹き込む。水酸化カルシウムは、アルミン酸ナトリウム1モルに対して0.5～4モル添加することが必要である。水酸化カルシウムを全く添加しない場合は板状粒子が析出しないので、水酸化カルシウムの添加量の下限は板状粒子を析出せしめ得る量となるが、一般には0.5モル以上であり、好ましくは1モル～3モルである。水酸化カルシウムの添加量が上記範囲から外れると後述の比較例1のSEM写真に見られるように、板状粒子以外の微粒子の混入する割合が増加してくる。

【0011】本発明では、アルミン酸ナトリウム水溶液に水酸化カルシウムを所定の量添加後、40℃以上、好ましくは50℃以上に加熱して炭酸ガスを吹き込み、反応を行なうことが必要である。この温度が低すぎると比

較例2のSEM写真に見られるように、板状の形状状態が悪くなる。なお、加熱温度の上限は特に制限されないが、一般に100℃以下が好適である。

【0012】炭酸ガスを吹き込んでいくと、カルシウムアルミニウム水和物の粒子がなくなり、しだいに板状粒子が析出し始める。さらに、炭酸ガスの吹き込みを続けると、析出粒子がさらに炭酸化されて針状の炭酸カルシウム（アラゴナイト）になるので、その前に炭酸ガスの吹き込みを停止し、反応を終了させる。この炭酸ガス吹き込みの適正量は、アルミン酸ナトリウム／水酸化カルシウムモル比、加熱温度の他に、反応容器の形状、炭酸ガスの吹き込み方法、反応液の攪拌の仕方等によって変わるので、実験的に確かめる。

【0013】炭酸ガスは、炭酸ガスのみを吹き込んでもよいし、炭酸ガスを含む混合ガスとして吹き込んでもよい。上記の反応により、底面長径2～10μm、厚さ0.1～0.3μm程度のカルシウムアルミニウム酸化物・炭酸塩・水和物を主体とする板状粒子が生成する。

【0014】得られた板状粒子を加熱処理すると非晶質化し、さらに高温で加熱するとカルシウム・アルミニウム酸化物（ $\text{Ca}_{12}\text{Al}_{14}\text{O}_{33}$ ）のピークが現われてくる（一部、 CaO のピークも見られる）。この非晶質を主体とした粒子も、カルシウム・アルミニウム酸化物を主体とした粒子も、加熱処理前の板状形状を保っており、同様にフィラーとして有用である。加熱処理は一般に300～900℃の温度で行なうことが好ましい。

【0015】

【発明の効果】本発明によれば、アルミン酸ナトリウム水溶液に水酸化カルシウムを適切な量だけ加え、適温にて適量の炭酸ガスを吹き込むことにより、簡単にカルシウムアルミニウム酸化物・炭酸塩・水和物を主体とする板状粒子が得られる。この板状粒子を用いることにより、新しい物性を持ったプラスチック、ゴム、紙、塗料、あるいは新素材等の開発が充分期待できる。

【0016】

【実施例】

実施例1

アルミン酸ナトリウム水溶液（1／6モル／リットル、25℃）2リットルに水酸化カルシウムを1／3モル添加し、高速乳化・分散機で1時間攪拌しながら70～75℃に加熱する。これを高速乳化・分散機で攪拌しながら、炭酸ガス（約0.1リットル／分）を30分間吹き込んで反応させる。生成物を水で洗浄し、フィルターにてろ過脱水し、電気乾燥器を用いて約100℃で乾燥して試料No. 1の板状粒子を得る。

【0017】図1に、試料No. 1のSEMによる観察写真を示す。写真下のスケールは、フルスケール10μm、1目盛1μmを表わす。また図9は、試料No. 1のX線回折パターンで、主に $\text{Ca}_4\text{Al}_2\text{CO}_9 \cdot 11\text{H}_2\text{O}$ であることを示している。

【0018】実施例2

アルミン酸ナトリウム水溶液（1／3モル／リットル、25℃）2リットルに水酸化カルシウムを1モル添加し、高速乳化・分散機で1時間攪拌しながら70～75℃に加熱する。これを高速乳化・分散機で攪拌しながら、炭酸ガス（約0.1リットル／分）を90分間吹き込んで反応させる。以下実施例1と同様にして試料No. 2の板状粒子を得る。

【0019】図2に、試料No. 2のSEM写真による観察写真を示す。写真下のスケールはフルスケール10μm、1目盛1μmを表わす。また図10は、試料No. 2のX線回折パターンで主に $\text{Ca}_4\text{Al}_2\text{CO}_9 \cdot 11\text{H}_2\text{O}$ であることを示している。

【0020】実施例3

アルミン酸ナトリウム水溶液（1／6モル／リットル、25℃）2リットルに水酸化カルシウムを5／6モル添加し、高速乳化・分散機で1時間攪拌しながら70～75℃に加熱する。これを高速乳化・分散機で攪拌しながら、炭酸ガス（約0.1リットル／分）を45分間吹き込んで反応させる。以下実施例1と同様にして試料No. 3の板状粒子を得る。

【0021】図3に、試料No. 3のSEM写真による観察写真を示す。写真下のスケールはフルスケール10μm、1目盛1μmを表わす。また図11は、試料No. 3のX線回折パターンで主に $3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{CaCO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{Ca}_4\text{Al}_2\text{CO}_9 \cdot 11\text{H}_2\text{O}$ であることを示している。

【0022】実施例4

アルミン酸ナトリウム水溶液（1／6モル／リットル、25℃）2リットルに水酸化カルシウムを1モル添加し、高速乳化・分散機で1時間攪拌しながら70～75℃に加熱する。これを高速乳化・分散機で攪拌しながら、炭酸ガス（約0.1リットル／分）を45分間吹き込んで反応させる。以下実施例1と同様にして試料No. 4の板状粒子を得る。

【0023】図4に、試料No. 4のSEM写真による観察写真を示す。写真下のスケールはフルスケール10μm、1目盛1μmを表わす。また図12は、試料No. 4のX線回折パターンで主に $3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{CaCO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{Ca}_4\text{Al}_2\text{CO}_9 \cdot 11\text{H}_2\text{O}$ であることを示している。

【0024】比較例1

アルミン酸ナトリウム水溶液（1／6モル／リットル、25℃）2リットルに水酸化カルシウムを5／3モル添加し、高速乳化・分散機で1時間攪拌しながら70～75℃に加熱する。これを高速乳化・分散機で攪拌しながら、炭酸ガス（約0.1リットル／分）を60分間吹き込んで反応させる。以下実施例1と同様にして試料No. 5の粒子を得る。

【0025】図5に、試料No. 5のSEM写真による

観察写真を示す。写真下のスケールはフルスケール10 μm 、1目盛1 μm を表わす。板状粒子以外の微粒子が、比較的多く混入しているのが見られる。

【0026】また図13は、試料No. 5のX線回折パターンで主に $3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{CaCO}_3 \cdot 32\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{Ca}_4\text{Al}_2\text{CO}_9 \cdot 11\text{H}_2\text{O}$ であり、 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ も混入していることを示している。

【0027】実施例5

アルミン酸ナトリウム水溶液(1/6モル/リットル、25℃)2リットルに水酸化カルシウムを1/2モル添加し、高速乳化・分散機で1時間攪拌しながら50~55℃に加熱する。これを高速乳化・分散機で攪拌しながら、炭酸ガス(約0.1リットル/分)を45分間吹き込んで反応させる。以下実施例1と同様にして試料No. 6の板状粒子を得る。

【0028】図6に、試料No. 6のSEM写真による観察写真を示す。写真下のスケールはフルスケール10 μm 、1目盛1 μm を表わす。また図14は、試料No. 6のX線回折パターンで主に $3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{CaCO}_3 \cdot 32\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{Ca}_4\text{Al}_2\text{CO}_9 \cdot 11\text{H}_2\text{O}$ であることを示している。

【0029】比較例2

アルミン酸ナトリウム水溶液(1/6モル/リットル、25℃)2リットルに水酸化カルシウムを1/2モル添加し、高速乳化・分散機で1時間攪拌しながら35~40℃に加熱する。これを高速乳化・分散機で攪拌しながら、炭酸ガス(約0.1リットル/分)を45分間吹き込んで反応させる。以下実施例1と同様にして試料No. 7の粒子を得る。

【0030】図7に、試料No. 7のSEM写真による観察写真を示す。写真下のスケールはフルスケール10 μm 、1目盛1 μm を表わす。粒子の板状形態が、悪くなっているのが判る。また図15は、試料No. 7のX線回折パターンで主に $3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{CaCO}_3 \cdot 32\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{Ca}_4\text{Al}_2\text{CO}_9 \cdot 11\text{H}_2\text{O}$ であることを示している。

【0031】実施例6

アルミン酸ナトリウム水溶液(1/3モル/リットル、

25℃)2リットルに水酸化カルシウムを5/3モル添加し、高速乳化・分散機で1時間攪拌しながら70~75℃に加熱する。これを高速乳化・分散機で攪拌しながら、炭酸ガス(約0.1リットル/分)を90分間吹き込んで反応させる。生成物を水で洗浄し、フィルターにてろ過脱水し、電気乾燥器を用いて約100℃で乾燥する。さらに電気炉で400℃の加熱処理を行ない試料No. 8の板状粒子を得る。

【0032】図8に、試料No. 8のSEM写真による観察写真を示す。写真下のスケールはフルスケール10 μm 、1目盛1 μm を表わす。また図16は、試料No. 8のX線回折パターンで、ピークがあまり現われず、主に非晶質であることを示している。

【図面の簡単な説明】

【図1】試料No. 1の粒子構造を示すSEMによる観察写真である。

【図2】試料No. 2の粒子構造を示すSEMによる観察写真である。

【図3】試料No. 3の粒子構造を示すSEMによる観察写真である。

【図4】試料No. 4の粒子構造を示すSEMによる観察写真である。

【図5】試料No. 5の粒子構造を示すSEMによる観察写真である。

【図6】試料No. 6の粒子構造を示すSEMによる観察写真である。

【図7】試料No. 7の粒子構造を示すSEMによる観察写真である。

【図8】試料No. 8の粒子構造を示すSEMによる観察写真である。

【図9】試料No. 1のX線回折パターンである。

【図10】試料No. 2のX線回折パターンである。

【図11】試料No. 3のX線回折パターンである。

【図12】試料No. 4のX線回折パターンである。

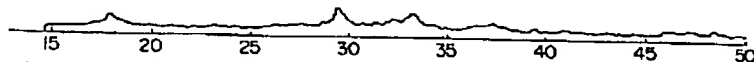
【図13】試料No. 5のX線回折パターンである。

【図14】試料No. 6のX線回折パターンである。

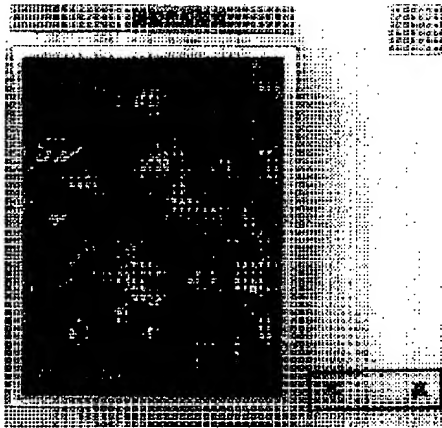
【図15】試料No. 7のX線回折パターンである。

【図16】試料No. 8のX線回折パターンである。

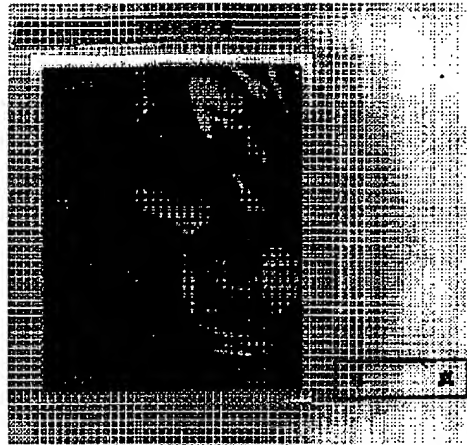
【図16】



【図1】



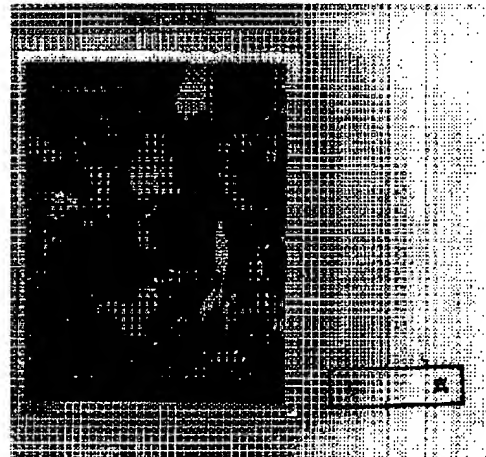
【図2】



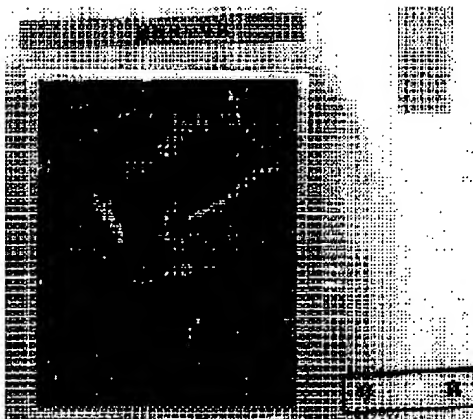
【図3】



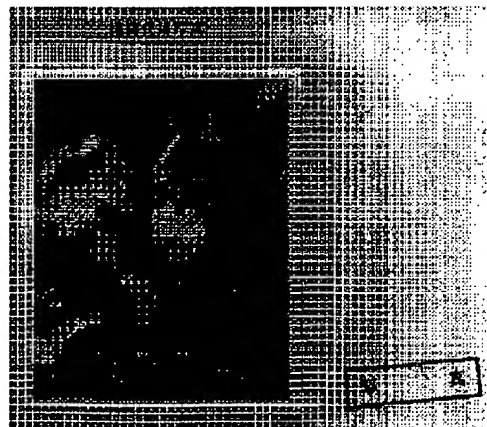
【図4】



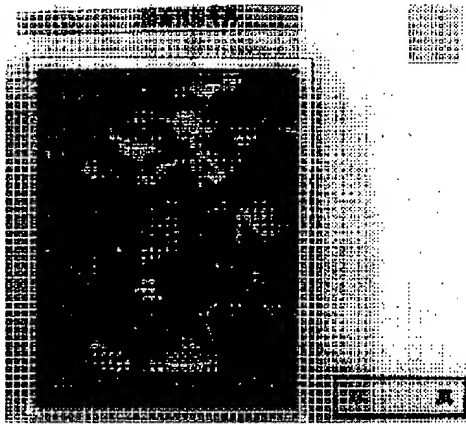
【図5】



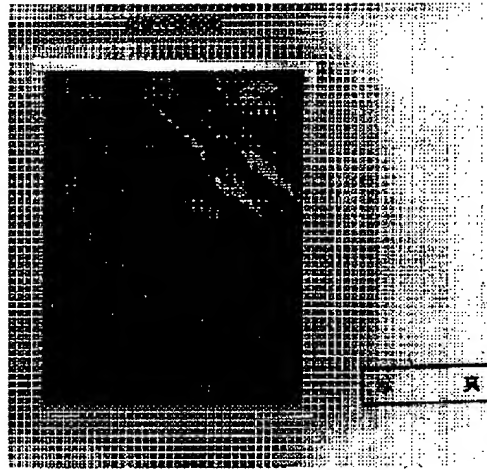
【図6】



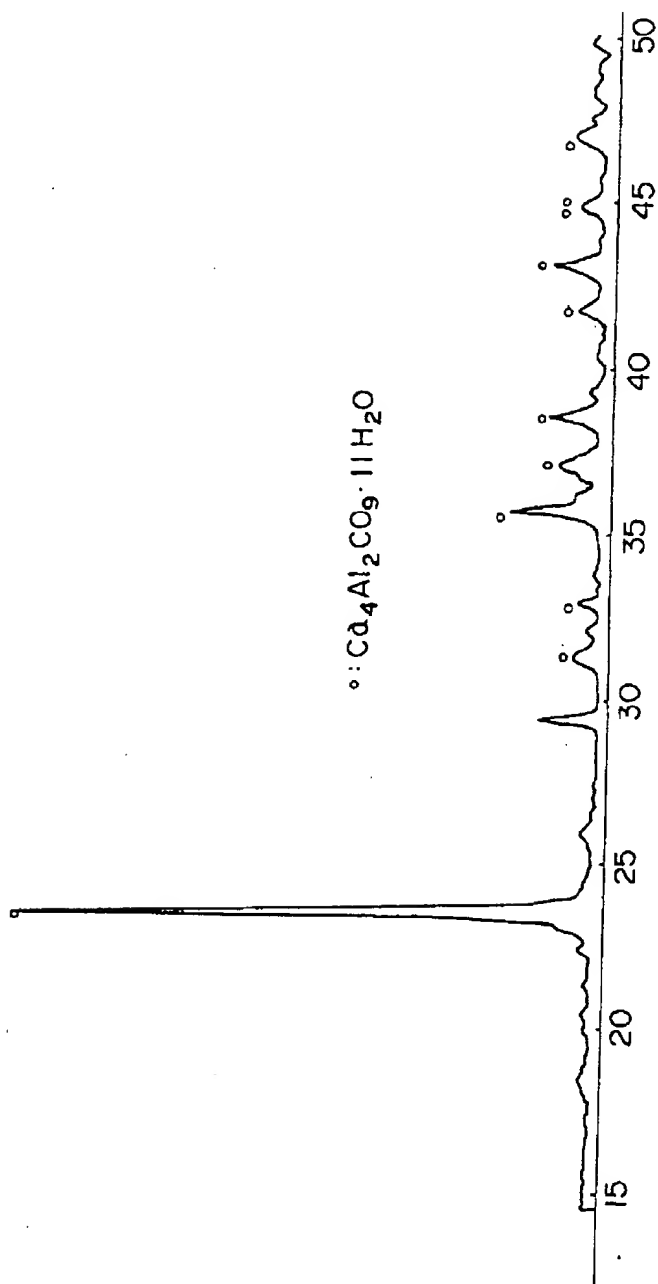
【図7】



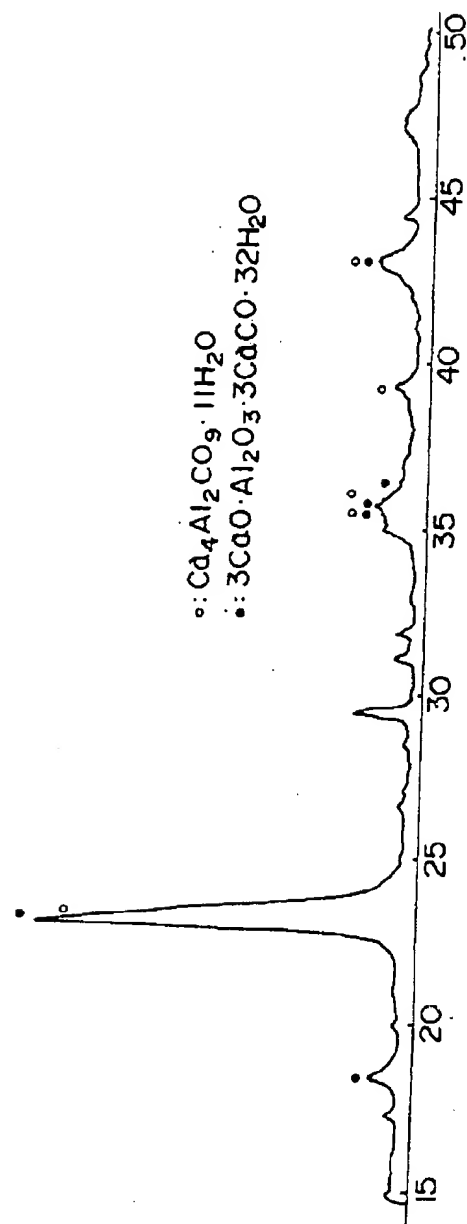
【図8】



【図9】



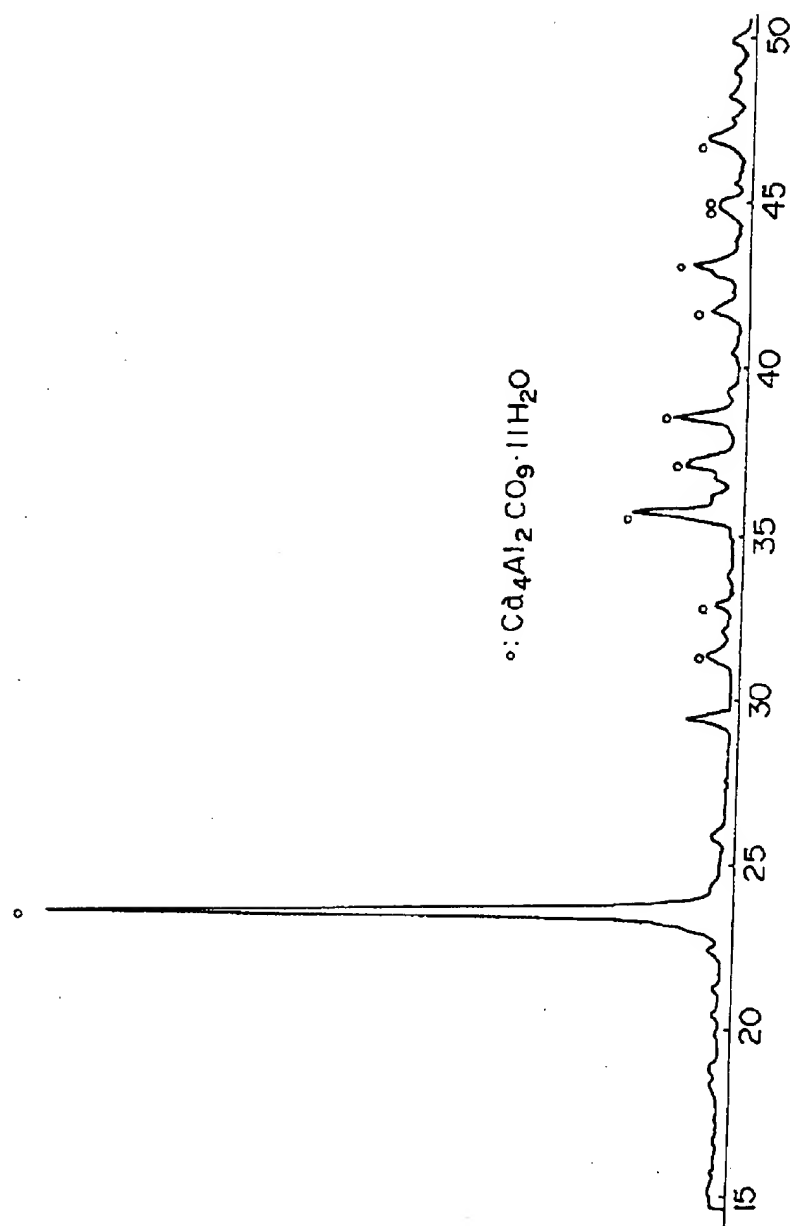
【図15】



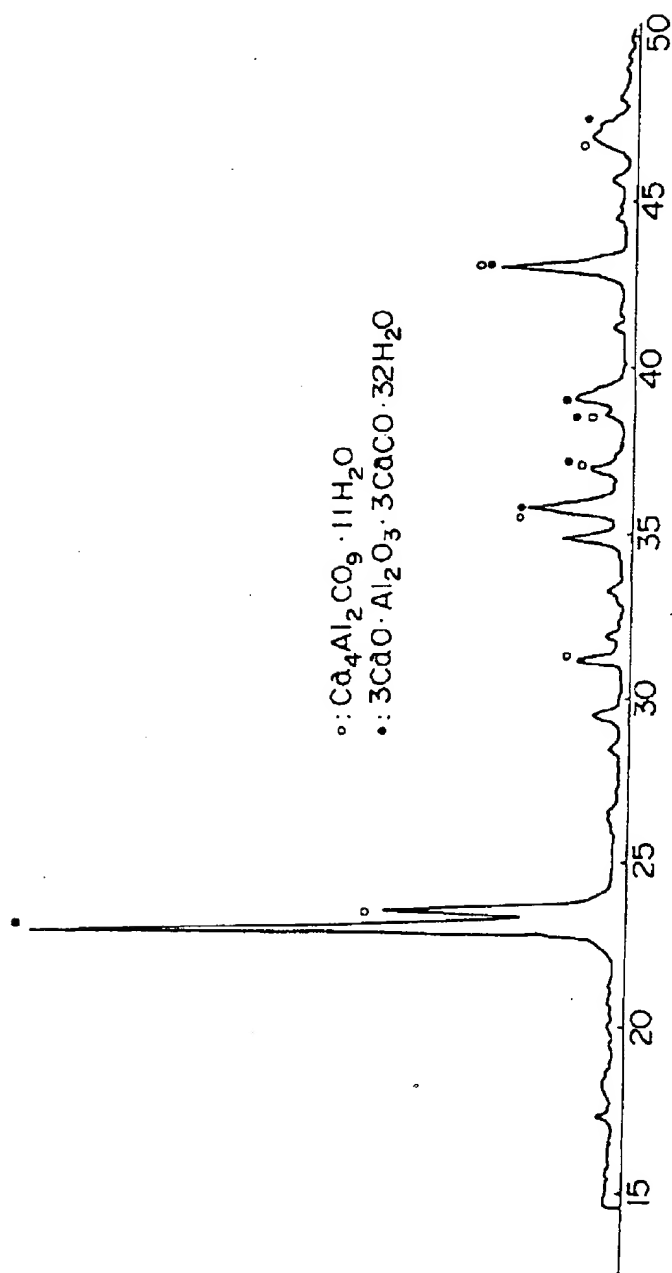
(8)

特開平5-147930

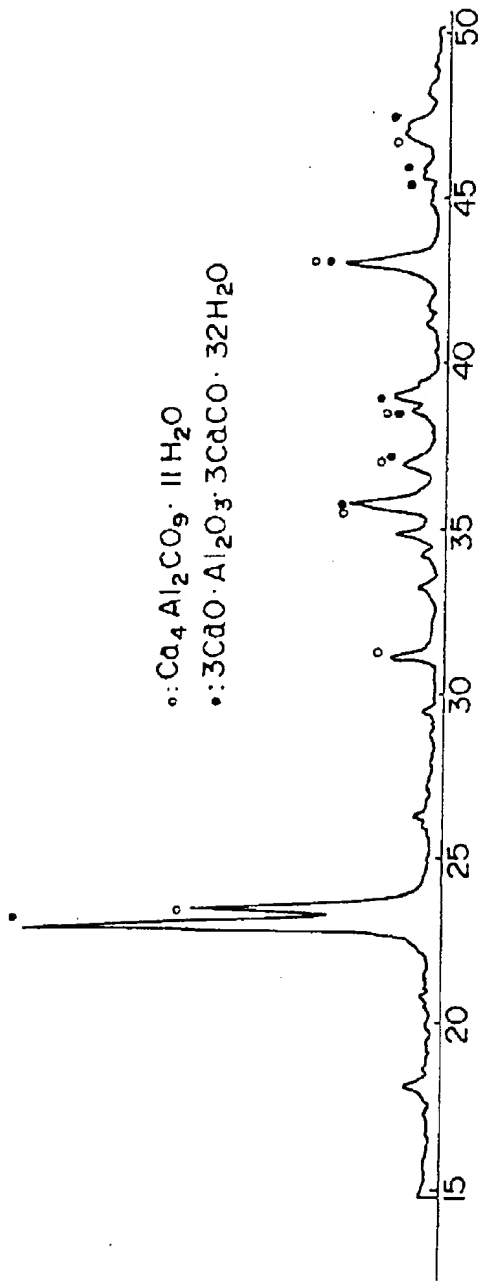
【図10】



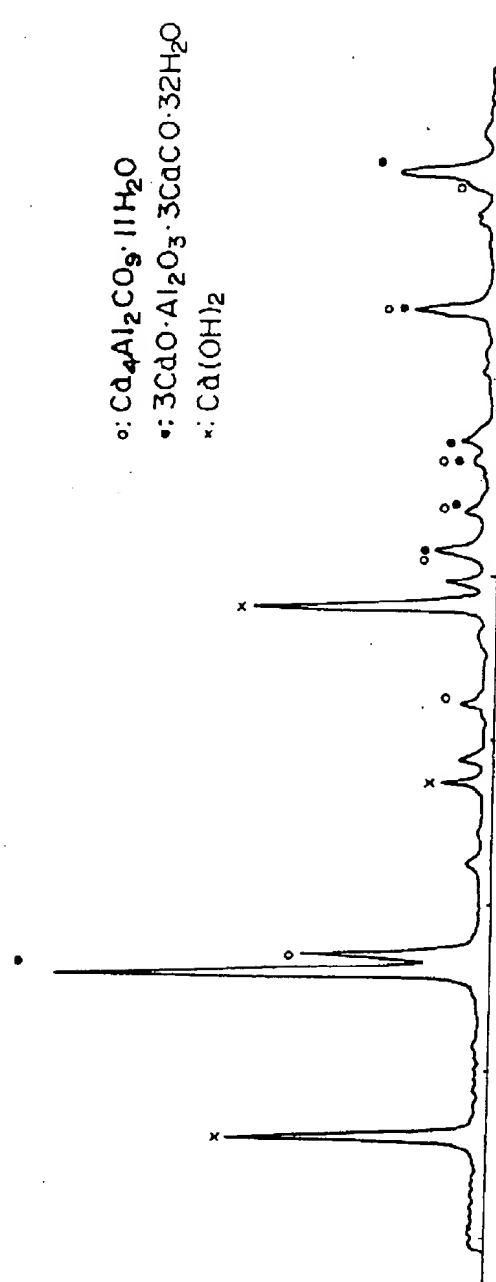
【図11】



【図12】



【図13】



【図14】

